



内蒙古自治区地方计量技术规范

JJF (蒙) 051—2023

真空干燥箱校准规范

Calibration Specification for Vacuum Ovens

2023-12-01 发布

2024-03-01 实施

内蒙古自治区市场监督管理局 发布

真空干燥箱校准规范

Calibration Specification for

Vacuum Ovens

JJF (蒙) 051—2023

归口单位：内蒙古自治区市场监督管理局

主要起草单位：包头市检验检测中心

参加起草单位：赤峰市产品质量检验检测中心

本规范技术条文由起草单位负责解释

本规范主要起草人：

黄胜杰（包头市检验检测中心）

魏 星（包头市检验检测中心）

高俊杰（包头市检验检测中心）

参加起草人：

王德文（赤峰市产品质量检验检测中心）

何 宇（包头市检验检测中心）

庞文嘉（包头市检验检测中心）

郝大昭（包头市检验检测中心）

目录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语和计量单位	(1)
3.1 术语	(1)
3.2 计量单位	(1)
4 概述	(1)
5 计量特性	(2)
5.1 温度偏差	(2)
5.2 温度波动度	(2)
5.3 真空密封性	(2)
6 校准条件	(2)
6.1 环境条件	(2)
6.2 负载条件	(2)
6.3 测量标准	(3)
7 校准项目和校准方法	(3)
7.1 校准项目	(3)
7.2 校准方法	(3)
7.3 数据处理	(4)
8 校准结果的表达	(5)
9 复校时间间隔	(5)
附录 A 真空干燥箱校准记录参考格式	(6)
附录 B 真空干燥箱校准证书内页参考格式	(8)
附录 C 真空干燥箱温度偏差校准结果不确定度评定示例	(9)

引言

JJF 1071《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001《通用计量术语及定义》、JJF 1059.1《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本规范制修订工作的基础性系列规范。

本规范为首次发布。

真空干燥箱校准规范

1 范围

本规范适用于温度范围为（室温~250）℃的真空干燥箱的校准，其他同类设备的校准也可参照本规范。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1101-2019 环境试验试验设备温度、湿度参数校准规范

GB/T 29251-2012 真空干燥箱

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 术语和计量单位

3.1 温度偏差 temperature deviation

真空干燥箱稳定工作状态下，每层隔板中心位置各测量点在规定时间内实测最高温度和最低温度与设定温度的差值。温度偏差包含温度上偏差和温度下偏差，计量单位为℃。

3.2 温度波动度 temperature fluctuation

真空干燥箱稳定工作状态下，在规定的时间内，每层隔板几何中心位置测量点实测温度最大值与最小值差值的一半，冠以“±”号，即为真空干燥箱该层隔板的温度波动度，计量单位为℃。

3.3 真空密封性 vacuum tightness

真空干燥箱稳定工作状态下，使真空干燥箱达到设定的真空状态，一定时间间隔内，真空干燥箱内部压力的初始值与最终值之差，计量单位为 Pa，或是它的倍数单位：kPa、MPa。

4 概述

真空干燥箱是为干燥热敏性、易分解和易氧化物质而设计的一种干燥设备，广泛应用于生物化学，化工制药、医疗卫生、农业科研、环境保护等研究应用领域，作粉末干燥、烘培以及各类玻璃容器的消毒和灭菌用，工作时可使工作室保持一定的真空度。真空干燥箱按工作室几何形状分为方形和圆形，被金属隔板

分成若干层，隔板一般有热传导或加热功能，结构示意图见图 1。

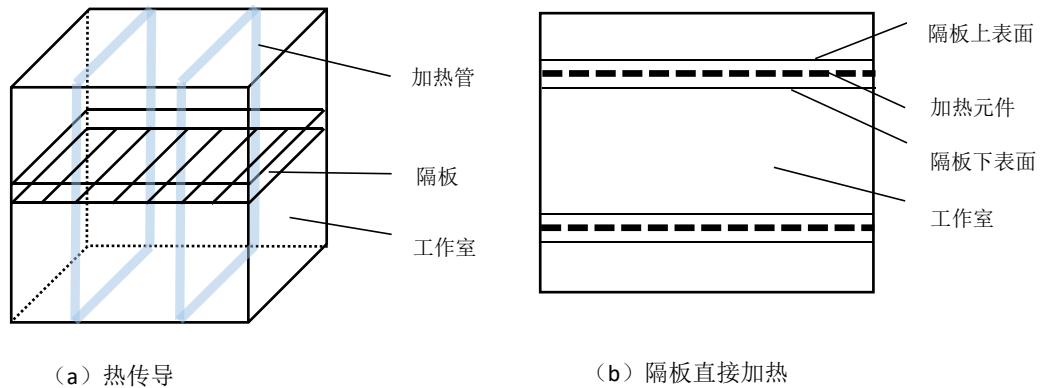


图 1 真空干燥箱隔板结构图

5 计量特性

5.1 温度偏差

最高工作温度不超过 200℃的真空干燥箱，温度偏差应不大于 $\pm 3.0^{\circ}\text{C}$ 。

最高工作温度超过 200℃的真空干燥箱，温度偏差应不大于其最高工作温度的 $\pm 1.5\%$ 。

5.2 温度波动度

真空干燥箱的温度波动度应不超过 $\pm 1.0^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 真空密封性

在真空干燥箱稳定工作状态下，60min 内真空密封性应不超过 1.0kPa。

6 校准条件

6.1 环境条件

温度：(5~35)℃；

湿度： $\leq 80\%RH$ 。

6.2 负载条件

一般应在空载条件下校准，若用户需要在负载条件下校准，应在校准证书中说明负载情况。

6.3 测量标准

6.3.1 温度测量标准

温度测量标准应选用不影响真空干燥箱密封性能的无线表面温度数据采集

仪或其它设备，分辨力不低于 0.1°C ，最大允许误差为 $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$ 。

6.3.2 压力测量标准

压力测量标准器的测量范围应涵盖真空干燥箱表压 ($-0.1\sim 0$) MPa 或绝压 ($0\sim 100$) kPa，分辨力不低于 0.1kPa ，压力测量标准的最大允许误差为 $\pm 0.3\text{kPa}$ 。

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

真空干燥箱校准项目包括温度偏差、温度波动度。

7.2 校准方法

7.2.1 温度偏差、温度波动度的校准

7.2.1.1 温度校准点的选择

温度校准点，一般选择真空干燥箱使用范围的下限、上限和中间点，也可根据用户的需要选择实际常用的温度点。

7.2.1.2 温度测量点位置的选择

温度测量点位置应分布在真空干燥箱工作室每层隔板中心位置上。

7.2.1.3 温度偏差、温度波动度的校准过程

将真空干燥箱进行抽真空操作至实际使用的稳定真空状态，先关闭箱体与真空泵的连接阀门，再关闭真空泵。将真空干燥箱温度控制器设定到所选温度校准点进行升温加热，待真空干燥箱到达稳定工作状态后，开始记录各测量点温度数据，每隔 2min 记录所有测量点的数据一次， 30min 内共记录 16 组温度数据。

7.2.2 真空密封性的测试

7.2.2.1 真空密封性测量点位置的选择

当采用无线压力标准器时，压力标准器可以放置在真空干燥箱工作室内的任意位置；当采用其它压力标准器时，可以用压力接口与真空干燥箱连接，并严格保证连接处的密封性。

7.2.2.2 真空密封性的测试过程

在 7.2.1 的状态下进行真空密封性的测试，先读取压力标准器示值 P_S ， 60min 后再次读取压力标准器示值 P_F 。

7.3 数据处理

7.3.1 温度偏差的计算

计算各测量点 30min 内测量的最高温度与设定温度的差值,即为温度上偏差;
各测量点 30min 内测量的最低温度与设定温度的差值,即为温度下偏差。

$$\Delta t_{\max} = t_{\max} - t_s \quad (1)$$

$$\Delta t_{\min} = t_{\min} - t_s \quad (2)$$

式中:

Δt_{\max} —— 温度上偏差, °C;

Δt_{\min} —— 温度下偏差, °C;

t_{\max} —— 各测量点规定时间内测量的最高温度, °C;

t_{\min} —— 各测量点规定时间内测量的最低温度, °C;

t_s —— 真空干燥箱的设定温度, °C。

7.3.2 温度波动度的计算

真空干燥箱在稳定工作状态下,在各测量点 30min 内(每 2min 测量一次)实测最高温度与最低的差值,取所有测量点最大差值的一半,冠以“±”号。

$$\Delta t_f = \pm \max[(t_{j\max} - t_{j\min})/2] \quad (3)$$

式中:

Δt_f —— 温度波动度, °C;

$t_{j\max}$ —— 校准点 j 在 n 次测量中的最高温度, °C;

$t_{j\min}$ —— 校准点 j 在 n 次测量中的最低温度, °C。

7.3.3 真空密封性的计算

真空干燥箱在稳定工作状态下,达到设定的真空度状态,60min 内压力的变化量。

$$\Delta P = P_s - P_f \quad (4)$$

式中:

ΔP —— 真空干燥箱的真空密封性, kPa;

P_s —— 真空干燥箱的压力初始值, kPa;

P_F ——真空干燥箱的压力最终值, kPa。

8 校准结果的表达

8.1 校准记录格式见附录 A。

8.2 校准证书

出具校准证书, 校准证书应包括信息及校准证书(内页)格式见附录 B。

8.3 不确定度信息(评定结果)

校准结果的不确定度评定参照附录 C。

9 复校时间间隔

建议复校间隔时间最长不超过一年。由于复校时间间隔是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸多因素所决定的, 因此, 用户也可根据实际使用的情况自主决定复校时间间隔。

附录 A

真空干燥箱校准记录参考格式

委托单位: _____ 仪器名称: _____ 记录编号: _____

生产单位: _____ 型号规格: _____ 出厂编号: _____

校准地点: _____ 环境温度: _____ °C 环境湿度: _____ %RH

本次校准使用的主要计量器具:

名称	编号	测量范围	不确定度/ 准确度等级/ 最大允许误差	溯源机构 及证书编号	证书 有效期至

校准结果:

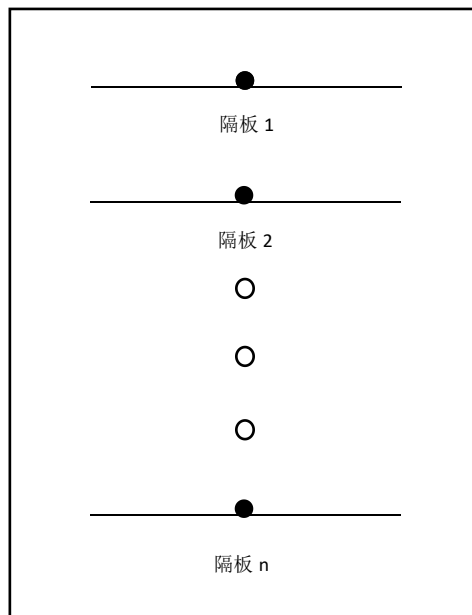
真空密封性的测试:

初始压力值 P_S (kPa)	最终压力值 P_F (kPa)	真空密封性 (kPa/60min)

温度参数的校准:

温度设定值: _____ °C	实测温度 (°C)			
次数	隔板 1	隔板 2	隔板 n
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				
11				
12				
13				
14				
15				
16				
温度波动度 (°C/30min)				
温度上偏差 (°C)				
温度下偏差 (°C)				
温度偏差的扩展不确定度 U (°C), $k=2$				

温度测量点布置示意图



校准员:

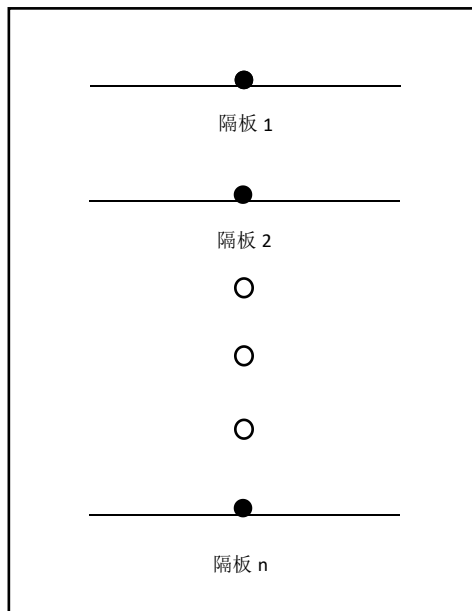
核验员:

年 月 日

附录 B

真空干燥箱校准证书内页参考格式

1. 温度测量点布置示意图



2. 校准结果

设定温度 (°C)	位置	温度波动度 (°C/30min)	温度上偏差 (°C)	温度下偏差 (°C)	温度偏差的扩展 不确定度 U (°C), $k=2$
	隔板 1				
	隔板 2				
				
	隔板 n				
真空密封性 (kPa/60min)					

附录 C

真空干燥箱温度偏差校准结果不确定度评定示例

C.1 概述

C.1.1 被校对象

真空干燥箱，温度显示分辨力为 0.1℃。

C.1.2 测量标准

无线温度数据记录仪，分辨力 0.01℃。

C.1.3 校准方法

按规范要求布放温度传感器，进行抽真空操作后，将真空干燥箱设定到校准温度点，真空干燥箱达到稳定工作状态后，开始记录各测量点温度数据，每隔 2min 记录所有测量点的数据一次，30min 内共记录 16 组温度数据。

计算各测量点 30min 内测量的最高温度与设定温度值的差值，即为温度上偏差；各测量点 30min 内测量的最低温度与设定温度值的差值，即为为温度下偏差。由于上偏差和下偏差不确定度来源和数值相同，因此本规范仅以温度上偏差为例进行不确定度评定。

C.2 测量模型

$$\Delta t_{\max} = t_{\max} - t_s \quad (1)$$

式中：

Δt_{\max} ——设备的温度上偏差，℃；

t_{\max} ——各测量点规定时间内测量的最高温度，℃；

t_s ——设备的设定温度，℃。

C.3 标准不确定度评定

不确定度来源：测量重复性引入的标准不确定度分量,标准器分辨力引入的标准不确定度分量,标准器最大允许误差引入的标准不确定度分量。

C.3.1 真空干燥箱温度测量重复性引入的标准不确定度 u_1

以校准点 110℃为例，真空干燥箱温度稳定后，对真空干燥箱在重复性条件

下作 10 次测量，得到 10 次测量值，分别为：110.52℃、110.48℃、110.37℃、110.55℃、110.64℃、110.78℃、110.72℃、110.66℃、110.41℃、110.25℃，用下式计算单次测量的实验标准偏差得：

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (t_{ij} - \bar{t}_i)^2}{10-1}} = 0.166^{\circ}\text{C}$$

则 $u_1 = 0.166^{\circ}\text{C}$

C.3.2 标准器温度分辨力引入的标准不确定度 u_2

标准器温度分辨力为 0.01°C ，半宽 $a = 0.005^{\circ}\text{C}$ ，服从均匀分布，则 $u_2 = 0.005 / \sqrt{3} = 0.003^{\circ}\text{C}$

由于重复性引入的不确定度包含了分辨力引入的不确定度，二者取较大者，因此不再考虑分辨力引入的标准不确定度。

C.3.3 标准器最大允许误差引入的标准不确定度分量 u_3

标准器最大允许误差为 $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$ ，服从均匀分布，则 $u_3 = 0.3 / \sqrt{3} = 0.173^{\circ}\text{C}$

C.4 标准不确定度分量汇总表见表 C.1

表 C.1 温度上偏差校准标准不确定度分量汇总表

标准不确定度符号	不确定度来源	标准不确定度
u_1	测量重复性	0.166
u_2	标准器温度分辨力	0.003
u_3	标准器最大允许误差	0.173

C.5 合成标准不确定度

由于 u_1 、 u_3 互不相关，则合成标准不确定度：

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_3^2} = 0.24^{\circ}\text{C}$$

C.6 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ，则温度上偏差的扩展不确定度为：

$$U = k \times u_c = 0.5^{\circ}\text{C}$$

C.7 结果及其不确定度报告

见表 C.2。

表 C.2 真空干燥箱温度偏差校准不确定度报告

校准温度/°C	110
温度上偏差扩展不确定度 $U/^\circ\text{C}$, ($k=2$)	0.5

